

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/AT05/000002

International filing date: 13 January 2005 (13.01.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: AT
Number: A 42/2004
Filing date: 15 January 2004 (15.01.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 18 March 2005 (18.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse



PCT/AT 2005/000002

ÖSTERREICHISCHES PATENTAMT

A-1200 Wien, Dresdner Straße 87

Kanzleigebühr € 40,00

Schriftengebühr € 143,00

Aktenzeichen **A 42/2004**

Das Österreichische Patentamt bestätigt, dass

**die Firma Prior Engineering AG
in CH-8008 Zürich, Othmarstraße 8
(Schweiz),**

am **15. Jänner 2004** eine Patentanmeldung betreffend

**"Verfahren zur Herstellung eines chemischen Reaktionsprodukts
mittels Festbettreaktor",**

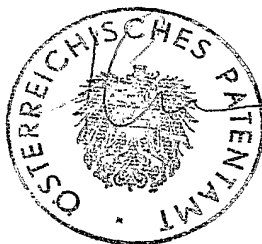
überreicht hat und dass die beigeheftete Beschreibung samt Zeichnungen mit der ursprünglichen, zugleich mit dieser Patentanmeldung überreichten Beschreibung samt Zeichnungen übereinstimmt.

Österreichisches Patentamt

Wien, am 12. Jänner 2005

Der Präsident:

i. A.



HRNCIR
Fachoberinspektor

AT PATENTSCHRIFT

(11) Nr.

(Bei der Anmeldung sind nur die eingerahmten Felder auszufüllen - bitte fett umrandete Felder unbedingt ausfüllen!)

(73)	Patentinhaber: PRIOR ENGINEERING AG ZÜRICH (CH)
(54)	Titel: Verfahren zur Herstellung eines chemischen Reaktionsprodukts mittels Festbettreaktor
(61)	Zusatz zu Patent Nr.
(66)	Umwandlung von GM /
(62)	gesonderte Anmeldung aus (Teilung): A /
(30)	Priorität(en):
(72)	Erfinder:

(22)(21) Anmeldetag, Aktenzeichen:

15 -01- 2004

, A

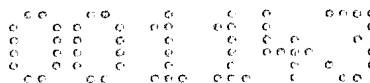
(60) Abhängigkeit:

(42) Beginn der Patentdauer:

Längste mögliche Dauer:

(45) Ausgabetag:

(56) Entgegenhaltungen, die für die Beurteilung der Patentierbarkeit in Betracht
gezogen wurden:



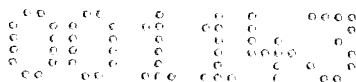
Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines chemischen Reaktionsprodukts aus einem oder mehreren Reaktanden durch Kontakt mit einem heterogenen Katalysator in einem Festbettreaktor.

Stand der Technik

Eine typische P-CAC-Apparatur („preparative continuous annular chromatography“, präparative kontinuierliche Annularchromatographie) besteht aus einem kreisringförmigen, d.h. annularen, Teilchenbett, das in den Zwischenraum (Ringspalt) zwischen zwei konzentrischen Zylindern gepackt ist. Unter Rotation des Teilchenbetts um die eigene Achse werden am oberen Ende kontinuierlich Feedlösung mit dem zu trennenden Gemisch sowie ein oder mehrere Eluenten aufgegeben. Derartige Verfahrensweisen sind nach dem Stand der Technik bekannt (siehe z.B. EP-A-371.648). P-CAC-Apparaturen wurden ausschließlich zur chromatographischen Trennung von Substanzgemischen verwendet.

In der AT-A-405.026 wurde von der Anmelderin des vorliegenden Erfindungsgegenstands erstmals die Verwendung eines solchen kontinuierlich arbeitenden Annularchromatographen als Reaktionsmedium beschrieben, wobei das Teilchenbett in zwei oder mehr Zonen unterteilt ist, die zumindest eine Reaktionszone und zumindest eine Trennzone umfassen, welche durch Trennschichten aus Membranen, nichtporösen inerten Materialien oder elektrisch nichtleitenden Materialien voneinander getrennt sind. Ein in einer Reaktionszone unter Einwirkung eines Katalysators gebildetes chemisches Produkt wird darauf folgend in zumindest einer Trennzone chromatographisch von Ausgangs- und etwaigen Nebenprodukten sowie von Katalysator gereinigt und in im Wesentlichen reiner Form aus dem Reaktor/Chromatographen gewonnen.

Neben all den dadurch erzielbaren Vorteilen ist diese Art von "reaktiver Chromatographie" jedoch auch relativ material- und kostenintensiv, zumal für Reaktions- und

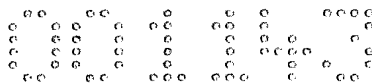


Trennzonen unterschiedliche Teilchenbett-Materialien, zumindest aber unterschiedlich (mit Metallen, Metallkomplexen oder Enzymen) beschichtetes Bettmaterial für Reaktions- und Trennzonen, häufig auch unterschiedliche Lösungs- bzw. Elutionsmittel, sowie eine oder mehrere Trennschichten bereitzustellen sind. Bei der dort auch offenbarten Vorsehung variierender Strömungsquerschnitte zur lokalen Steuerung der Durchflussgeschwindigkeiten (z.B. zum Aufkonzentrieren der Verfahrensströme vor dem Übergang in die nächste Zone) steigen der apparative und damit auch der finanzielle Aufwand weiter an.

Ziel der vorliegenden Erfindung war daher die Bereitstellung eines Verfahrens zur Synthese chemischer Produkte und Trennung von Reaktanden, Produkten und Nebenprodukten in einem chromatographischen Festbett eines kontinuierlich betriebenen Annularchromatographen unter Verringerung des verfahrenstechnischen, apparativen, finanziellen und Material-Aufwands im Vergleich zu der zuvor beschriebenen AT-A-405.026 als nächstem Stand der Technik.

Offenbarung der Erfindung

Die erfindungsgemäße Lösung der obigen Zielsetzung besteht in einem Verfahren zur Herstellung zumindest eines chemischen Reaktionsprodukts mittels chemischer Reaktion eines oder mehrerer, gegebenenfalls in einem oder mehreren Lösungsmitteln gelöster, als Feedstrom zugeführter Reaktanden durch Kontakt mit einem heterogenen Katalysator in einem mit einem Teilchenbett gefüllten, kontinuierlich betriebenen Festbettreaktor, mit dem erfindungsgemäßen Kennzeichen, dass als Festbettreaktor ein mit dem Teilchenbett gefüllter kontinuierlicher Annularchromatograph (CAC) verwendet wird und das Teilchenmaterial gleichzeitig als Katalysator zur Bildung sowie als Chromatographiemedium zur Reinigung des zumindest einen Reaktionsprodukts im Teilchenbett eingesetzt wird, wonach das zumindest eine gereinigte Reaktionsprodukt sowie gegebenenfalls vorhandene Nebenprodukte und/oder nicht-



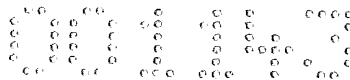
umgesetzte Reaktanden jeweils an einer unterschiedlichen vorbestimmten Drehwinkelposition des Annularchromatographen abgezogen werden.

Durch diese Verfahrensführung mit einem einzigen Teilchenbett als Reaktions- und Trennmedium entfällt bei geeigneter Wahl der Verfahrensparameter (Bettmaterial, Durchflussgeschwindigkeit, Temperatur, Druck), wie später detaillierter ausgeführt wird, die Notwendigkeit von mehreren unterschiedlichen Bettmaterialien sowie der dazwischen anzuordnenden Trennschichten.

Eine derartige erfindungsgemäße Verfahrensführung stellt das Ergebnis umfangreicher Forschungs- und Optimierungsreihen der Erfinder dar, wobei dieses Ergebnis der herkömmlichen Lehre völlig widerspricht: Chromatographiemedien besitzen die inhärente Eigenschaft, unterschiedlich hohe Affinität für unterschiedliche Materialien aufzuweisen, um diese aufgrund ihrer daraus resultierenden unterschiedlichen Durchflussgeschwindigkeiten durch das Chromatographiebett voneinander trennen zu können.

Für die kontinuierliche Durchführung chemischer Reaktionen, insbesondere mit dem Ziel, quantitativen Umsatz zu erzielen, sind jedoch stark differierende Migrationsgeschwindigkeiten durch ein Reaktionsmedium definitionsgemäß unerwünscht, da ansonsten keine ausreichend langen Kontaktzeiten mit den Reaktionspartnern (Reaktanden, Katalysatoren) erzielbar sind.

Ein solches erfindungsgemäßes Verfahren erlaubt ferner den kontinuierlichen Betrieb des Annularchromatographen, wobei durch die stetige Entfernung des Reaktionsprodukts das Reaktionsgleichgewicht zu dem zumindest einen Endprodukt hin verschoben wird, wodurch der oder die Reaktand(en) vorzugsweise zu Reaktionsprodukt(en) umgesetzt wird/werden, woraus sich vorzugsweise eine im Wesentlichen quantitative Umsetzung ergibt.



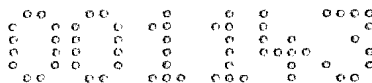
Nichtungesetzte Reaktanden und/oder Nebenprodukte werden vorzugsweise in den Reaktionskreislauf rückgeführt und in der chemischen Reaktion wiederverwendet. Dies gewährleistet eine effiziente Nutzung der eingesetzten Chemikalien.

Gemäß bevorzugten Ausführungsformen ist das Katalysatormaterial in oder auf dem Teilchenmaterial gleichmäßig verteilt. Durch die Drehung des Annularchromatographen und die kontinuierliche Aufgabe der Reaktanden kommt es zum vollständigen Kontakt zwischen den Reaktanden und dem Katalysator und so zu einer effizienten Vermischung dieser Komponenten. Dadurch werden hohe Umsätze gewährleistet.

In besonders bevorzugten Ausführungsformen besteht das Teilchenmaterial zur Gänze aus Katalysatormaterial. Dadurch wird die Kontaktfläche und -zeit zwischen Reaktanden und Katalysator erhöht, was wiederum zu einer besseren Umsetzung führt.

Wird als Teilchenmaterial in weiteren bevorzugten Ausführungsformen ein Ionenaustauscherharz eingefüllt, können bestimmte Moleküle im Harz zurückbehalten werden. Dafür kann als Teilchenmaterial auch ein Zeolith verwendet werden, um die Trennleistung weiter zu erhöhen, wie später näher erläutert wird.

Durch Beheizen oder Kühlen des Reaktions/Trenn-Mediums können die Reaktionsparameter in besonders bevorzugten Ausführungsformen sensibel gesteuert werden, wobei mehrere Zonen unterschiedlicher Temperatur geschaffen werden können. Während der Reaktion kann durch Beheizen und/oder Kühlen beispielsweise ein kontinuierlicher Temperaturgradient im Teilchenbett erzeugt werden. Die Einstellung unterschiedlicher Temperaturen kann dort von Bedeutung sein, wo eine bestimmte Reaktionstemperatur einzuhalten ist, es kann aber auch die chromatographische Trennung von der Temperatur beeinflusst werden, weshalb verschiedene Temperaturzonen im Schutzzumfang der Erfindung liegen.

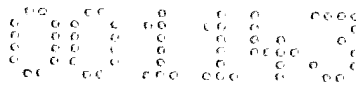


Beispielsweise sind die Eigenschaften der meisten Zeolithe temperaturabhängig. So geben manche Vertreter dieser Klasse von Silikaten bei Temperaturerhöhung (ohne Änderung der Kristallstruktur) Kristallwasser ab, wodurch sich ihre Eigenschaften ändern. Manche Zeolithe wirken beispielsweise über 150 °C katalytisch, während sie darunter, d.h. bei höherem Kristallwassergehalt, ähnliche Trennwirkung wie ein Chromatographie-Gel zeigen. Somit können bei Verwendung bestimmter Zeolithe unter Erzeugung unterschiedlicher Temperaturzonen, speziell eines von oben nach unten abnehmenden Temperaturgradienten, in den oberen, heißeren Bettbereichen zuerst hauptsächlich die Katalysatorwirkung und danach, also in den unteren, kühleren Bereichen, v.a. die Trennwirkung des jeweiligen Zeoliths genützt werden, ohne dass eine aufwändige Beschichtung des Teilchenmaterials vonnöten wäre.

In weiteren Ausführungsformen ist zumindest ein Reaktand, zur Förderung der Reaktionsgeschwindigkeit vorzugsweise alle Reaktanden, in einem Lösungsmittel gelöst, wobei das Lösungsmittel in manchen Ausführungsformen gleichzeitig als Elutionsmittel dienen kann. In wiederum anderen Ausführungsformen fungiert zumindest einer der Reaktanden selbst als Lösungsmittel, was eine zusätzliche Vereinfachung der Reaktionsführung darstellt und Kosten spart.

In besonders bevorzugten Ausführungsformen wird als Reaktand ein mehrwertiger Reaktionspartner verwendet, der durch Reaktion mit dem anderen Reaktanden mehrere unterschiedliche Reaktionsprodukte bilden kann. Bevorzugt wird das Verfahren durch Steuerung der Betriebsparameter so geregelt, dass eines der möglichen Reaktionsprodukte bevorzugt gewonnen wird. Besonders bevorzugt wird im Wesentlichen nur dieses eine Reaktionsprodukt gewonnen.

In speziell optimierten bevorzugten Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden als Reaktanden Essigsäure und Glycerin zugeführt und als bevorzugtes Reaktionsprodukt im Wesentlichen nur Triacetin gewonnen, d.h. Mono- und Diacetin werden mit Essigsäure weiter umgesetzt und fallen nicht als Nebenprodukte an. In



anderen optimierten Ausführungsformen werden als Reaktanden Phenol und Aceton zugeführt und Bisphenol A als bevorzugtes Reaktionsprodukt erhalten. In wiederum anderen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden Essigsäure und Methanol zugeführt, und als Reaktionsprodukt wird Methylacetat quantitativ gewonnen.

Kurzbeschreibung der Figuren

Fig. 1 zeigt schematisch eine Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, nämlich einen Annularchromatographen mit einem Chromatographiebett 1 in einer annularen Säule aus gegenüber den Komponenten der Reaktanden und Lösungsmittel inertem Material, der um eine Achse 3 rotiert, und einem Temperiermantel 2.

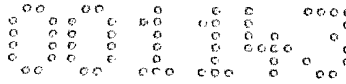
Die Fig. 2.1 bis 2.8 zeigen Konzentrationsprofile der Reaktion von Glycerin mit Essigsäure bei verschiedenen Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten, Feed-Zuflussgeschwindigkeiten und Rotationsgeschwindigkeiten.

Die Fig. 3.1 bis 3.8 zeigen Konzentrationsprofile der Reaktion von Phenol mit Aceton bei verschiedenen Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten, Feed-Zuflussgeschwindigkeiten und Rotationsgeschwindigkeiten.

Die Fig. 4.1 bis 4.5 zeigen Konzentrationsprofile der Reaktion von Methanol mit Essigsäure bei verschiedenen Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten, Feed-Zuflussgeschwindigkeiten und Rotationsgeschwindigkeiten.

Detaillierte Beschreibung der Erfindung

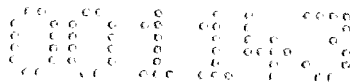
In Fig. 1 ist ein schematischer Querschnitt durch eine P-CAC-Vorrichtung dargestellt, wie sie zur Durchführung von Verfahren gemäß vorliegender Erfindung geeignet ist. Mit Bezugszeichen 1 ist dabei das teilchenförmige Festbett bezeichnet, das üblicher-



weise in einem Hohlzylinder-förmigen Behälter, z.B. aus Glas oder Edelstahl, untergebracht ist und während des Betriebs um eine Achse 3 rotiert. Dieses Teilchenbett fungiert gemäß vorliegender Erfindung sowohl als Reaktionskatalysator als auch als Trennmedium, wobei diese beiden Funktionen entweder gleichzeitig oder - z.B. im Falle einer geregelten Temperatursteuerung über die Höhe des Festbetts - aufeinander folgend erfüllt werden können.

Eine derartige Temperatursteuerung kann beispielsweise unter Einsatz von Temperiermänteln erfolgen, die in Fig. 1 mit den Bezugszeichen 2a und 2b bezeichnet sind. Wird etwa ein Zeolith als Teilchenmaterial verwendet, der - wie eingangs erwähnt - bei höheren Temperaturen erhöhte katalytische Wirkung und bei niedrigeren Temperatur verstärkte Trennwirkung zeigt, kann man sich diesen Effekt durch unterschiedliche lokale Temperaturwahl im Teilchenbett zunutze machen. Beispielsweise wird in bevorzugten Ausführungsformen der obere Heizmantel 2a aus Fig. 1 mit einem Heizmedium hoher Temperatur, z.B. über 150 °C, betrieben, während der untere Temperiermantel 2b von einem Medium niedrigerer Temperatur, z.B. 60 bis 80 °C, durchströmt wird. Die genaue Temperatur- und Medienwahl ist vom Fachmann in Abhängigkeit von den Reaktanden, dem Reaktionslösungsmittel, dem Teilchenmaterial und den im verwendeten Chromatographen möglichen Druckverhältnissen zu treffen. Selbstredend sind für bestimmte Reaktionen auch Bedingungen möglich, bei denen im unteren Mantel 2b aus Fig. 1 ein auf unter Raumtemperatur gehaltenes Kühlmedium eingesetzt wird.

Vom Schutzzumfang der Erfindung sind auch Bedingungen umfasst, wo drei oder mehr untereinander vorgesehene Temperiermäntel 2 vorgesehen sind, was ermöglicht, mehrere "heiße Reaktionszonen" vorzusehen, die gegebenenfalls durch Zonen niedrigerer Temperatur voneinander getrennt sind, wobei jedoch im Unterschied zum Stand der Technik alle diese Zonen in demselben Teilchenbett vorliegen. Derartige Anordnungen können jedoch in Fällen der Umsetzung mehrerer Reaktionspartner miteinander zu den eingangs angesprochenen Problemen mit der unterschiedlichen



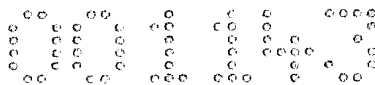
Migrationsgeschwindigkeit der Reaktanden führen, so dass derartige Ausführungsformen lediglich bei Reaktion nur eines Reaktanden oder unter gleichzeitiger Verwendung eines (von mehreren) Reaktanden als Lösungsmittel, wie nachstehend beschrieben, bevorzugt werden.

Die Anzahl der Temperiermäntel ist jedenfalls nicht speziell eingeschränkt. In der Praxis wird jedoch eine Anzahl von ein bis maximal drei Mänteln, üblicherweise einer oder zwei bevorzugt, um die Reaktionsführung relativ einfach und damit Kosten niedrig zu halten.

Der von den Temperiermänteln jeweils abgedeckte Bereich, d.h. ihre relative Höhe zur Gesamthöhe des Teilchenbetts, kann vom Fachmann frei gewählt werden. Erfindungsgemäß bevorzugt werden Verfahrensführungen, bei denen sich im Festbett aus Katalysator/Trenn-Medium ein kontinuierlicher Temperaturgradient einstellt, um durch allzu abrupte Temperaturänderungen hervorgerufene, oft nur schwer vorhersehbare Nebenreaktionen möglichst auszuschließen.

Als Teilchenmaterial kann z.B. im Wesentlichen inertes Material eingesetzt werden, das mit zumindest einer als Katalysator und/oder als Trennmedium aktiven Substanz beschichtet wurde, oder beispielsweise ein als Trennmedium aktives Material, das mit einer Katalysatorkomponente beschichtet wurde, oder umgekehrt. Es kann auch ein Gemisch aus Trenn- und Katalysatormaterialien verwendet werden.

In bevorzugten Ausführungsformen wird jedoch zur Gewährleistung maximaler Homogenität, zur Maximierung der Leistungsfähigkeit des Verfahrens und zur Kostenreduktion jedoch nur eine Art von Teilchenmaterial eingesetzt, das weiters besonders bevorzugt zur Gänze aus Katalysator/Trenn-Medium besteht. Dazu werden speziell Ionenaustauschharze oder Zeolithe eingesetzt.

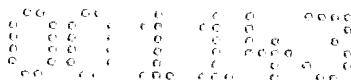


Erfindungsgemäß bevorzugt werden Verfahrensführungen, bei denen der zumindest eine Reaktand in einem Lösungsmittel gelöst zugeführt wird, da dies lokale Konzentrationsschwankungen wirksam vermeidet und zu vollständigerer Umsetzung führt. Weiters wird bevorzugt, dass das Lösungsmittel gleichzeitig als Elutionsmittel fungiert, was durch Senkung des Aufwands für Chemikalien und Apparatur Kosten spart. Bei Reaktionen mehrerer Reaktionspartner kann besonders bevorzugt (soweit das möglich ist) einer davon gleichzeitig als Lösungsmittel dienen.

Von der Erfindung umfasst sind Reaktionen, bei denen zumindest ein Reaktand zu zumindest einem Endprodukt umgesetzt wird, wobei das Teilchenbett einerseits als Katalysator der Reaktion(en) und andererseits als Trennmedium zur Reinigung des zumindest einen Endprodukts wirkt. Auch eine Vorreinigung eines oder mehrerer Reaktionspartner ist möglich. Das bedeutet, dass der zumindest eine Reaktand zunächst eine Trennzone zu passieren hat, bevor er in eine Reaktionszone eintritt und schlussendlich gegebenenfalls in einer zweiten Trennzone gereinigt wird. Dies lässt sich beispielsweise durch Anordnung eines Heizmantels ausschließlich auf mittlerer Höhe des Teilchenbetts realisieren.

Beispiele für Reaktionen, bei denen nur ein Reaktand umgesetzt wird, sind etwa Zersetzungs- oder Umlagerungsreaktionen, wobei ein gewünschtes Endprodukt durch Einsatz eines Verfahrens gemäß vorliegender Erfindung in demselben Festbett hergestellt und zudem von anfallenden Nebenprodukten gereinigt werden kann.

Die Erfindung ist speziell geeignet für Reaktionen mehrwertiger Reaktanden, bei denen somit mehr als ein Reaktionsprodukt möglich ist. Darüber hinaus, dass davon gemäß vorliegender Erfindung ein einziges gewünschtes Endprodukt rein gewonnen werden kann, ermöglicht das erfindungsgemäße Verfahren unter Verwendung eines präparativen Annularchromatographen - wo unterschiedliche Substanzen aus an unterschiedlichen Winkelpositionen angeordneten Auslässen abgezogen werden - die



Rückführung der (ebenso rein gewinnbaren) Nebenprodukte in den Feed, um anschließend im Teilchenbett erneut umgesetzt (und gereinigt) zu werden.

Nichtsdestotrotz sind auch derartige Reaktionen mittels des Verfahrens der vorliegenden Erfindung so optimierbar, dass im Wesentlichen überhaupt nur das gewünschte Endprodukt anfällt, wodurch die natürlich mit apparativem Aufwand verbundene Rückführung von Nebenprodukten gänzlich entfallen kann.

Nachstehend wird die vorliegende Erfindung daher anhand von drei Gruppen von Beispielen für derartige Optimierungen als bevorzugte Ausführungsformen des erfindungsgemäßen Verfahrens näher beschrieben und illustriert.

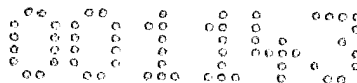
BEISPIELE

1) Herstellung von Triacetin

Beispiel 1.1

Ziel dieses Experiments sowie der Beispiele 2 und 3 war die Bestimmung der Wirkung der Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auf die Reinheit von Triacetin, da die Menge an im Annularchromatographen verwendeten Eluenten aus wirtschaftlichen Gründen minimiert werden sollte. Die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit sollte jedoch hoch genug sein, so dass sie die Regeneration der stationären Phase gewährleistet. Daher muss für eine gegebene Feed-Zuflussgeschwindigkeit und Rotationsgeschwindigkeit eine optimale Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit existieren.

Der Annularchromatograph wurde 21,4 cm hoch mit einem Bett befüllt, das aus 569,4 g Ionenaustauscherharz Dowex 50 WX8TM (Dow Chemical Company; stark saures Kationenaustauschharz auf der Basis von sulfoniertem Polystyrol/Divinylben-

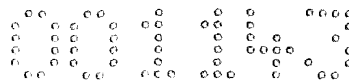


zol) mit einer Teilchengröße von 200 bis 400 Mesh bestand. Ein Feedgemisch aus 1004,9 g Essigsäure und 564,3 g Glycerin wurde verwendet, und reine Essigsäure wurde als Eluent verwendet. Das Feedgemisch wurde mit einer Geschwindigkeit von 0,6 ml/min zugeführt, und die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit betrug 25 ml/min. Der Annularchromatograph rotierte mit einer Geschwindigkeit von 70°/h, was in einer Breite der Feedbande von 3,4 cm resultierte. Schläuche wurden an 28 der 90 Auslässe angeschlossen und zu Gruppen von je vier Stück gebündelt. Jede Gruppe von Schläuchen wurden in einem Glasbehälter vereinigt, so dass sieben Fraktionen erhalten wurden. Das gemessene Konzentrationsprofil der sieben Fraktionen wird in Fig. 2.1 gezeigt. Alle Komponenten mit Ausnahme des Eluenten (= Reaktanden) Essigsäure sind gezeigt, um einen besseren Überblick zu bekommen.

Wie aus Fig. 2.1 ersichtlich, wurde das gesamte Glycerin und Monoacetin zu Diacetin, Triacetin und Wasser umgesetzt. Die maximale Triacetin-Konzentration war ein Massenbruch von über 23 %. Jedoch enthielten die hochkonzentrierten Triacetin-Fraktionen über 2 % Diacetin und Wasser als Verunreinigungen. Dies ist höchstwahrscheinlich auf die schlechte Regeneration der Säule zurückzuführen, da auch Fraktionen um 0° einen Wassergehalt von etwa 2 % aufwiesen. Wasser ist besonders schwierig vom Ionenaustauscherharz zu entfernen, d.h. eine Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit von mehr als 25 ml/min wird benötigt, um die Säule zu regenerieren. Wasser ist nicht nur eine Verunreinigung, sondern verursacht auch die Rückreaktion von Triacetin zu Diacetin.

Beispiel 1.2

In diesem Beispiel waren die Betriebsbedingungen gleich wie in Beispiel 1, mit der Ausnahme, dass die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit 45 ml/min betrug. Die Breite der Feedbande betrug 2,5 cm. Das resultierende Konzentrationsprofil wird in Fig. 2.2 gezeigt. Der Eluent Essigsäure wird wiederum nicht dargestellt, um einen besse-



ren Überblick über die Produkte zu bekommen. Die Produktpeaks sind zu kleineren Winkeln verschoben, was als Resultat der höheren Lineargeschwindigkeit und der geringeren Verweilzeit bei einer höheren Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit angenommen werden kann.

Obwohl das Maximum des Triacetinpeaks etwas niedriger war als im ersten Beispiel, enthielten die Triacetinfraktionen weniger Wasser und weniger Diacetin. Die Zufuhr von Essigsäure als Eluent mit höherer Durchflussgeschwindigkeit hatte mehrere Effekte. Das Wasser am Ionenaustauscherharz wurde rascher verdrängt, was zu einer besseren Regeneration des chromatographischen Betts führte. Da Essigsäure auch ein Reaktand war, führten höhere Durchflussgeschwindigkeiten zu einer Verschiebung des chemischen Gleichgewichts zu den Produkten hin. Ein aus Fig. 2.2 ersichtlicher negativer Effekt war die weitere Verdünnung des Produkts. Dieser Effekt führte zum niedrigeren Maximum des Triacetinpeaks. Hier überwogen aber die Vorteile der besseren Regeneration der Säule und der Verschiebung des chemischen Gleichgewichts.

Beispiel 1.3

Die Parameter in diesem Beispiel waren die gleichen wie in den vorangegangenen Beispielen, mit der Ausnahme, dass die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit 65 ml/min betrug. Die Breite der Feedbande betrug 1,8 cm. Das gemessene Konzentrationsprofil wird in Fig. 2.3 gezeigt.

Die Produkte waren viel stärker verdünnt als in den vorangegangenen Beispielen, und das Maximum des Triacetinpeaks blieb unter 14 %. Die Konzentration der Verunreinigungen in den Triacetinfraktionen, nämlich Diacetin und Wasser, war ebenfalls höher als in Beispiel 1.2. Die positiven Effekte einer höheren Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit, die in Beispiel 1.2 gezeigt wurden, wurden hier von den negati-

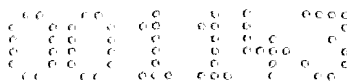
ven Effekten überwogen, nämlich der Verdünnung der Produkte und der geringeren Verweilzeit. Der Grund dafür war, dass die Regeneration der Säule keine Rolle mehr spielte, da die Säule bereits bei einer Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit von 45 ml/min gut regeneriert wurde. Auf der anderen Seite bot die geringere Verweilzeit weniger Gelegenheit für die Reaktion und die Trennung der Produkte. Wenn weniger Zeit für die Reaktion zur Verfügung steht, um stattzufinden, kann die Verschiebung des chemischen Gleichgewichts, das durch eine höhere Durchflussgeschwindigkeit von Essigsäure verursacht wird, keine Wirkung zeigen.

Der Einfluss der Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auf die Gesamtausbeute an Triacetin und die Herstellung von Triacetin mit einer Reinheit von 90 % wird in den Fig. 2.4 und 2.5 gezeigt.

Die Ausbeute und Produktion von Triacetin zeigen wegen der erwähnten Effekte ein Maximum. Bei geringen Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten wurde die Säule nicht gut regeneriert, was zu Wasser in den Triacetinfraktionen und zu einer ungünstigen Verschiebung des chemischen Gleichgewichts führt. Bei steigender Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit spielte dieser Effekt eine geringere Rolle, was zu einem Anstieg der Ausbeute und der Produktion führte. Ein weiterer Anstieg der Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit über einen gewissen Punkt hinaus, der mit einer geringeren Verweilzeit und einer höheren Lineargeschwindigkeit verbunden ist, lässt nicht genug Zeit für die Reaktion und die Trennung.

Beispiel 1.4

Ein weiterer wichtiger Parameter ist die Rotationsgeschwindigkeit. Eine Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit führte dazu, dass die Komponenten des aufgegebenen Feeds zu größeren Winkeln hin verschoben wurden und sie einem breiteren Bereich des Harzbettes ausgesetzt wurden. Der Kontakt mit einem größeren Anteil des

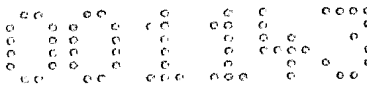


regenerierten Harzes konnte zu einer besseren Trennung der Komponenten führen, aber auch zu einer Verdünnung, da das Harz mit Eluent gesättigt war. Weiters musste die Verweilzeit ausreichend lang sein, um eine bessere Trennung zu erlauben. Andererseits überwog der Effekt der Verdünnung der Produkte. Eine gute Regeneration des Harzes ist auch eine Voraussetzung für gute Trennung. Wie in Fig. 2.4 gezeigt, wurde die höchste Ausbeute an Triacetin bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 70°/h mit einer Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit von 55 ml/min erreicht. Das Konzentrationsprofil wird in Fig. 2.6 gezeigt.

Da diese Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit zu der höchsten Ausbeute führte, wurde sie als Basis für die Untersuchung des Einflusses der Rotationsgeschwindigkeit herangezogen, um zu überprüfen, ob das verbleibende Triacetin gereinigt werden konnte. Diese Durchflussgeschwindigkeit war auch hoch genug, um eine gute Regeneration der Säule zu gewährleisten. Die Ergebnisse für höhere Rotationsgeschwindigkeiten werden in den Beispielen 1.5 und 1.6 erörtert.

Beispiel 1.5

Fig. 2.7 zeigt ein Konzentrationsprofil für die gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1.4, mit der Ausnahme, dass die Rotationsgeschwindigkeit auf 80°/h erhöht wurde. Wie erwartet sind die Peaks zu größeren Winkeln hin verschoben. Es wurden jedoch keine Triacetinfraktionen mit einer Reinheit über 90 % abgenommen, und die Gesamtausbeute an Triacetin betrug 80,3 %, verglichen mit 96,9 % in Beispiel 1.4. Dies bedeutet, dass der Effekt der Verdünnung, der in Beispiel 1.4 erwähnt wurde, bereits die Möglichkeit der besseren Trennung der Produkte überwog. Die Verdünnung der Produkte wird in Beispiel 1.6 noch offensichtlicher.



Beispiel 1.6

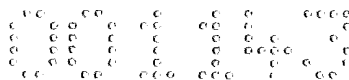
In diesem Beispiel wurde die Rotationsgeschwindigkeit weiter auf 90°/h erhöht. Das resultierende Konzentrationsprofil wird in Fig. 2.8 gezeigt. Die Peaks waren weiter zu größeren Winkeln hin verschoben, und das Maximum des Triacetinpeaks war niedriger als in den vorangegangenen Beispielen. Gemeinsam mit der Verbreiterung des Peaks, verglichen mit den vorangegangenen Beispielen, war das niedrigere Maximum ein klares Zeichen für die Verdünnung der Produkte. Dies bedeutet, dass eine Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit von 55 ml/min zu hoch war, um den Effekt der besseren Trennung bei erhöhten Rotationsgeschwindigkeiten zu beobachten, da die Verweilzeit zu gering war. Als Ergebnis konnte nur die Verdünnung der Produkte beobachtet werden.

2) Herstellung von Bisphenol A

Beispiel 2.1

Wie im Fall der Herstellung von Triacetin ist das Ziel dieses Beispiels sowie der Beispiele 2.2 und 2.3 die Bestimmung des Effekts der Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten auf die Reinheit von Bisphenol A. Die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit sollte aus wirtschaftlichen Gründen minimiert werden, musste aber hoch genug sein, um eine Regeneration des Chromatographiebetts zu ermöglichen.

Für die Herstellung von Bisphenol A aus Aceton und Phenol wurde das Harz Amberlyst 31TM (Rohm & Haas Company; stark saures Kationenaustauschharz auf der Basis von sulfoniertem Polystyrol/Divinylbenzol) mit einer Teilchengröße von 550 bis 700 µm verwendet. Die Höhe des Harzbetts betrug 21,5 cm. Reines Aceton wurde als Feed und reines Phenol als Eluent verwendet. Der Eluent wurde mit einer Geschwindigkeit von 15 ml/min und der Feed mit 1,6 ml/min zugeführt. Eine höhere

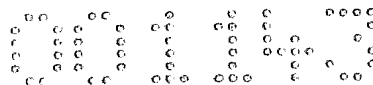


Feed-Zuflussgeschwindigkeit konnte in diesem Fall verwendet werden, da Aceton nicht so viskos wie Glycerin ist, und die Breite der Feedbande betrug 2,0 cm. Der Annularchromatograph rotierte mit einer Geschwindigkeit von 70°/h. Sieben Fraktionen wurden wie bei der Synthese von Triacetin abgenommen. Die Ergebnisse werden in Fig. 3.1 gezeigt. Der Eluent Phenol wurde zur besseren Übersicht weggelassen. Wie in Fig. 3.1 gezeigt, wurde Aceton nahezu vollständig zu Bisphenol A und Wasser umgesetzt.

Wegen der geringen Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit war der Bisphenol-A-Peak relativ breit und trat sehr spät auf. Wie im Fall von Triacetin war Wasser besonders schwierig aus dem Harz zu verdrängen, aber in diesem Fall war praktisch kein Wasser bei kleinen Winkeln vorhanden. Da nur eine Reaktion stattfindet, wurde weniger Wasser erzeugt als bei der Herstellung von Triacetin. Als Ergebnis dessen konnte die Säule leichter regeneriert werden. Das Bisphenol A war jedoch ziemlich verdünnt, da eine relativ große Menge Phenol für die Regeneration des Betts erforderlich war.

Beispiel 2.2

In diesem Beispiel wurden die gleichen Betriebszustände wie in dem vorangegangenen verwendet, mit der Ausnahme, dass die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auf 45 ml/min erhöht wurde. Die Breite der Feedbande betrug 2,0 cm. Als Ergebnis der geringeren Viskosität von Aceton im Vergleich mit Glycerin änderte sich die Breite der Feedbande nicht so stark wie bei der Herstellung von Triacetin. Bei der geringeren Viskosität wurde der Feed nicht besonders stark in den Schichten der Glasperlen dispergiert, bevor er in das Harzbett eintrat. Das resultierende Konzentrationsprofil wird in Fig. 3.2 gezeigt. Wie erwartet wurde der Peak von Bisphenol A zu kleineren Winkeln hin verschoben.

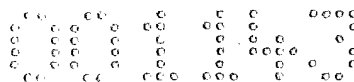


Obwohl die Menge an Aceton weniger als zwei Prozent betrug, spielte diese Verunreinigung eine größere Rolle, da das Bisphenol A bereits ziemlich verdünnt war. Wie im Fall von Triacetin führte eine höhere Eluenten-Durchflusgeschwindigkeit, und damit eine höhere Lineargeschwindigkeit, zu einer Verdünnung der Produkte und ließ weniger Zeit für die Reaktion und die Trennung der Produkte. Da der Eluent Phenol auch ein Reaktand ist, führten höhere Eluenten-Durchflusgeschwindigkeiten jedoch auch zu einer Verschiebung des chemischen Gleichgewichts hin zu den Produkten. Hier begann die Verschiebung des chemischen Gleichgewichts den Effekt der höheren Lineargeschwindigkeit zu überwiegen, da sogar die Fraktion mit der maximalen Konzentration von Bisphenol A etwas Aceton enthielt.

Beispiel 2.3

In diesem Beispiel wurde die Eluenten-Durchflusgeschwindigkeit auf 75 ml/min erhöht, und die Feedbande war 2,0 cm breit. Fig. 3.3 zeigt das Konzentrationsprofil. Der Peak von Bisphenol A ist viel spitzer als zuvor, und die Position ist, verglichen mit Beispiel 2.2, kaum verschoben, da weniger Bisphenol A erzeugt wurde. Fig. 3.3 zeigt einen starken Peak von nichtumgesetztem Aceton. Unter diesen Bedingungen dominierte der Effekt der hohen Lineargeschwindigkeit, der weniger Zeit für die Reaktion und die Trennung ließ, da kleine Mengen Wasser auch in den Fraktionen von Bisphenol A auftraten. Auf der anderen Seite spielte die Verschiebung des chemischen Gleichgewichts keine Rolle mehr. Im Gegensatz zu den vorangegangenen Beispielen konnte keine Fraktion von reinem Bisphenol A erhalten werden.

Fig. 3.4 zeigt die Gesamt-Ausbeute an Bisphenol A, bezogen auf Aceton, als Funktion der Eluenten-Durchflusgeschwindigkeit. In Fig. 3.5 wird die Abhängigkeit der Menge an pro Zeiteinheit hergestelltem Bisphenol A von der Eluenten-Durchflusgeschwindigkeit gezeigt. Die Gesamtausbeute nimmt kontinuierlich ab. Auf der anderen Seite zeigt die Herstellung von reinem Bisphenol A wegen der zwei oben erwähnten

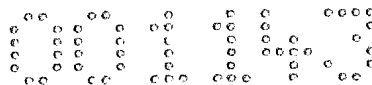


starken Effekte ein klares Maximum. Bei geringen Durchflussgeschwindigkeiten war die Regeneration der Säule nicht so gut wie bei höheren Geschwindigkeiten, und das chemische Gleichgewicht kann noch immer zu den Produkten hin verschoben werden. Jenseits des Produktionsmaximums bot eine Erhöhung der Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit, und damit ein Ansteigen der Lineargeschwindigkeit, weniger Zeit für die Reaktion und Trennung. Die Herstellung von reinem Bisphenol A nahm bei hohen Durchflussgeschwindigkeiten nicht so rasch ab wie die Herstellung von reinem Triacetin. Da hier aber nur zwei Produkte vorlagen, war die Trennung von Bisphenol A und Wasser viel einfacher als die Trennung ähnlicher Produkte wie Triacetin und Diacetin.

Beispiel 2.4

Der nächste Schritt war, den Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit auf das Konzentrationsprofil zu untersuchen. Es wurde entschieden, eine Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit von 25 ml/min und eine Feed-Zuflussgeschwindigkeit von 1,6 ml/min zu verwenden. Die Bisphenol-A-Produktion bei dieser Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit liegt links von dem in Fig. 3.5 gezeigten Maximum. Das Konzentrationsprofil für eine Rotationsgeschwindigkeit von 70°/h wird in Fig. 3.6 gezeigt.

Wie in Fig. 3.6 zu erkennen ist, waren noch immer große Mengen an reinem Bisphenol A vorhanden, aber ein Acetonpeak begann bei 40° aufzutreten. Die Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit bedeutete, dass die Komponenten der Banden, die vom eingesetzten Aceton stammten, zu größeren Winkeln hin verschoben wurden und daher einem größeren Abschnitt des Harzbettes ausgesetzt waren. Als Ergebnis konnte der Kontakt zu einem größeren Teil des Harzes zu einer besseren Trennung der Komponenten führen, aber auch zu einer Verdünnung, da das Harz mit dem Eluenten, wie im Fall von Triacetin, gesättigt war. Fig. 3.6 zeigt, dass die Regeneration der Säule vollständig und die Verweilzeit noch immer ausreichend lang war, um ho-



he Umsätze des Acetons zu erlauben. Es war demnach genug Spielraum für eine Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit gegeben.

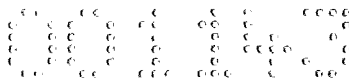
Beispiel 2.5

In diesem Beispiel waren die Bedingungen die gleichen wie im vorangegangenen, mit der Ausnahme, dass die Rotationsgeschwindigkeit auf 70°/h erhöht wurde. Fig. 3.7 zeigt das sich ergebende Konzentrationsprofil. Die Menge an nichtumgesetztem Aceton war etwas geringer als im vorangegangenen Fall.

Die Gesamtausbeute an Bisphenol A, bezogen auf Aceton, betrug 87,9 %, verglichen mit 85,8 % in Beispiel 2.4. Da jedoch die Erhöhung der Gesamtausbeute ziemlich gering war, war es nicht möglich, mehr Fraktionen an Bisphenol A abzunehmen, die eine Reinheit von mehr als 90 % aufwiesen. Der Grund dafür war die Verdünnung der Produkte aufgrund des Aussetzens gegenüber mehr Eluent, wie es in Beispiel 2.4 erwähnt wurde. Dies wird bei Betrachtung der Fraktion bei 24° klarer. In Beispiel 2.4 enthielt diese Fraktion noch immer 4,9 % Bisphenol A, während sie in Beispiel 2.5 nur 1,6 % enthielt. Obwohl diese Fraktion nicht beim Peakmaximum auftrat, enthielt sie kein Aceton wie die Fraktionen über 40°.

Beispiel 2.6

Da die Erhöhung der Gesamtausbeute von Beispiel 2.4 zu Beispiel 2.5 eher gering war, wurde entschieden, die Rotationsgeschwindigkeit weiter zu erhöhen. Fig. 3.8 zeigt das Konzentrationsprofil bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 90°/h. Der Peak von Bisphenol A wurde leicht zu größeren Winkeln hin verschoben, obwohl das Peakmaximum an dem gleichen Punkt auftritt wie in Beispiel 2.5. Ein weiterer Anstieg der Gesamtausbeute wurde nicht erreicht, und die Herstellung von Bisphenol A



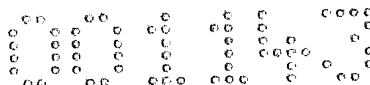
mit einer Reinheit über 90 % sank von 146 g/h auf 141 g/h. Bei 24° trat kein höherer Gehalt an Bisphenol A auf, und nahezu alle anderen Fraktionen enthielten etwas nichtumgesetztes Aceton.

3) Herstellung von Methylacetat

Beispiel 3.1

Für die Veresterung von Methanol und Essigsäure zu Methylacetat und Wasser wurde Amberlyst 15TM mit einer Teilchengröße von 300 bis 840 µm verwendet, und der Annularchromatograph wurde mit einem 21,7 cm hohen Harzbett gepackt. Proben wurden über zwei vollständige Rotationen gesammelt. Reines Methanol wurde als Eluent und Essigsäure als Feed verwendet. Wegen der starken Adsorption aller Komponenten waren viel höhere Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten erforderlich als im Fall von Triacetin oder Bisphenol A, um eine Regeneration des Harzes sicherzustellen. Die Retentionswinkel waren im Fall von Methylacetat ebenso viel größer. In diesem Beispiel betrug die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit 75 ml/min und die Feed-Zuflussgeschwindigkeit 1,9 ml/min. Es wurden sieben Fraktionen abgenommen. Eine Rotationsgeschwindigkeit von 70°/h wurde angewendet. Die Feedbande war nur 0,75 cm breit, aber wegen der großen Teilchengröße war die Feedbande im Harzbett dispergiert. Fig. 4.1 zeigt das resultierende Konzentrationsprofil. Zum besseren Überblick wurde der Eluent Methanol weggelassen.

Aus Fig. 4.1 ist ein Vorteil des größeren Retentionswinkels zu erkennen. Die Feedbande trifft auf eine große Menge des Harzes in einem breiten Abschnitt der Säule, bevor es die Auslässe erreicht. Es existieren mehrere Möglichkeiten für die Reaktion und die Trennung der Produkte. Die große Menge an benötigtem Eluent muss jedoch berücksichtigt werden.



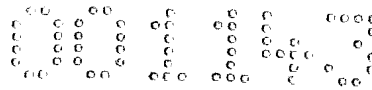
Beispiel 3.2

Der große Bereich an untersuchten Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten führte zu einer signifikanten Verschiebung der Retentionswinkel. Daher mussten die Auslässe, an denen die Fraktionen abgenommen wurden, geändert werden. In diesem Beispiel waren die Bedingungen die gleichen wie im vorangegangenen Beispiel, mit der Ausnahme, dass die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auf 100 ml/min erhöht wurde. Das resultierende Konzentrationsprofil wird in Fig. 4.2 gezeigt.

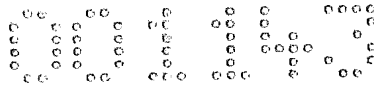
Es existiert noch immer ein ausgeprägter Peak von reinem Methylacetat, und der Peak ist wie erwartet schmaler als im vorangegangenen Beispiel. In allen anderen Fällen ließ die höhere Lineargeschwindigkeit bei einer höheren Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit weniger Zeit für die Reaktion und Trennung. Diese einfache Reaktion ist jedoch rasch genug, so dass dieser Effekt eine geringere Rolle spielt. Es ist zu erwähnen, dass eine höhere Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auch zu einer besseren Regeneration des Harzbettes und daher zu weniger Verunreinigungen im Produkt während der nächsten Rotationen führt.

Beispiel 3.3

In diesem Beispiel wurde die Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auf 115 ml/min erhöht, während alle anderen Bedingungen die gleichen waren wie in den vorangegangenen Beispielen. Zwei Eluentenpumpen wurde benötigt, um diese Durchflussgeschwindigkeit zu erreichen. Das resultierende Konzentrationsprofil wird in Fig. 4.3 gezeigt. Der Methylacetatpeak ist wiederum verschoben, und es existiert nur eine Methylacetat-Fraktion über 50 %. Der Einfluss der geringen Verweilzeit zeigte noch immer keine Wirkung und wurde durch die bessere Regeneration kompensiert.



Der Einfluss der Eluenten-Durchflussgeschwindigkeit auf die Ausbeute an Methylacetat, in Bezug auf Essigsäure, war minimal, wie in Fig. 4.4 gezeigt, aber wie in anderen Fällen zeigte die Ausbeute ein Maximum. Die Produktion an reinem Methylacetat zeigte ebenfalls ein Maximum bei hohen Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten, wie in Fig. 4.5 gezeigt. Die Maxima waren stark vom untersuchten System abhängig. Wie bereits erwähnt führten höhere Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten zu einer höheren Lineargeschwindigkeit und ließen weniger Zeit für die Reaktion und Trennung. Einfache Reaktionen, wie z.B. die Veresterung von Essigsäure mit Methanol, lassen jedoch genug Raum für hohe Eluenten-Durchflussgeschwindigkeiten und eine geringe Verweilzeit, wenn die Reaktionsgeschwindigkeiten ausreichend hoch sind.



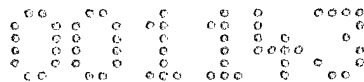
ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung zumindest eines chemischen Reaktionsprodukts mittels chemischer Reaktion eines oder mehrerer, gegebenenfalls in einem oder mehreren Lösungsmitteln gelöster, als Feedstrom zugeführter Reaktanden durch Kontakt mit einem heterogenen Katalysator in einem mit einem Teilchenbett gefüllten, kontinuierlich betriebenen Festbettreaktor mit dem Kennzeichen, dass als Festbettreaktor ein mit dem Teilchenbett gefüllter kontinuierlicher Annularchromatograph (CAC) verwendet wird und das Teilchenmaterial gleichzeitig als Katalysator zur Bildung sowie als Chromatographiemedium zur Reinigung des zumindest einen Reaktionsprodukts im Teilchenbett eingesetzt wird, wonach das zumindest eine gereinigte Reaktionsprodukt sowie gegebenenfalls vorhandene Nebenprodukte und/oder nichtumgesetzte Reaktanden jeweils an einer unterschiedlichen, vorbestimmten Drehwinkelposition des Annularchromatographen abgezogen werden.

(Fig. 1)

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung zumindest eines chemischen Reaktionsprodukts mittels chemischer Reaktion eines oder mehrerer, gegebenenfalls in einem oder mehreren Lösungsmitteln gelöster, als Feedstrom zugeführter Reaktanden durch Kontakt mit einem heterogenen Katalysator in einem mit einem Teilchenbett gefüllten, kontinuierlich betriebenen Festbettreaktor, dadurch gekennzeichnet, dass als Festbettreaktor ein mit dem Teilchenbett gefüllter kontinuierlicher Annularchromatograph (CAC) verwendet wird und das Teilchenmaterial gleichzeitig als Katalysator zur Bildung sowie als Chromatographiemedium zur Reinigung des zumindest einen Reaktionsprodukts im Teilchenbett eingesetzt wird, wonach das zumindest eine gereinigte Reaktionsprodukt sowie gegebenenfalls vorhandene Nebenprodukte und/oder nichtumgesetzte Reaktanden jeweils an einer unterschiedlichen, vorbestimmten Drehwinkelposition des Annularchromatographen abgezogen werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass jegliche nichtumgesetzte Reaktanden und/oder Nebenprodukte rückgeführt und in der chemischen Reaktion wiederverwendet werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Teilchenmaterial ein gleichmäßig darin bzw. darauf verteiltes Katalysatormaterial umfasst.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Teilchenmaterial zur Gänze aus Katalysatormaterial besteht.
5. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Teilchenmaterial ein Ionenaustauscherharz eingefüllt wird.



6. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Teilchenmaterial ein Zeolith eingefüllt wird.
7. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Teilchenbett während der Reaktion/Reinigung beheizt und/oder gekühlt wird.
8. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass während der Reaktion/Reinigung durch Beheizen und/oder Kühlen mehrere Zonen unterschiedlicher Temperatur im Teilchenbett gebildet werden.
9. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass während der Reaktion/Reinigung durch Beheizen und/oder Kühlen ein kontinuierlicher Temperaturgradient im Teilchenbett eingestellt wird.
10. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest ein Reaktand in einem Lösungsmittel gelöst zugeführt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Lösungsmittel gleichzeitig als Elutionsmittel dient.
12. Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass zumindest einer der Reaktanden gleichzeitig als Lösungsmittel dient.
13. Verfahren nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als zumindest einer der Reaktanden ein mehrwertiger Reaktionspartner zugeführt wird, aus dem während der chemischen Reaktion mehrere unterschiedliche Reaktionsprodukte gebildet werden.

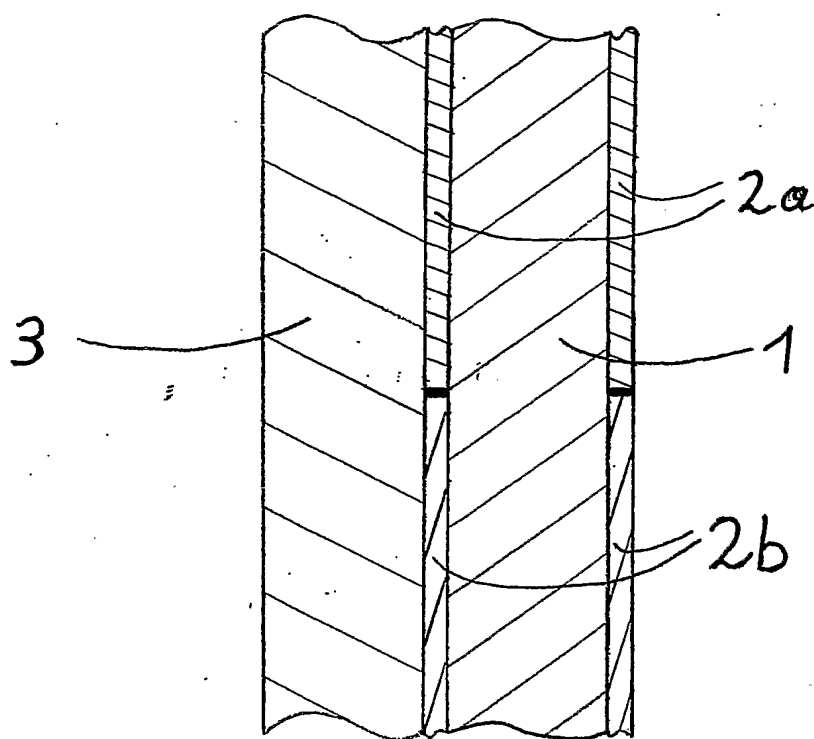
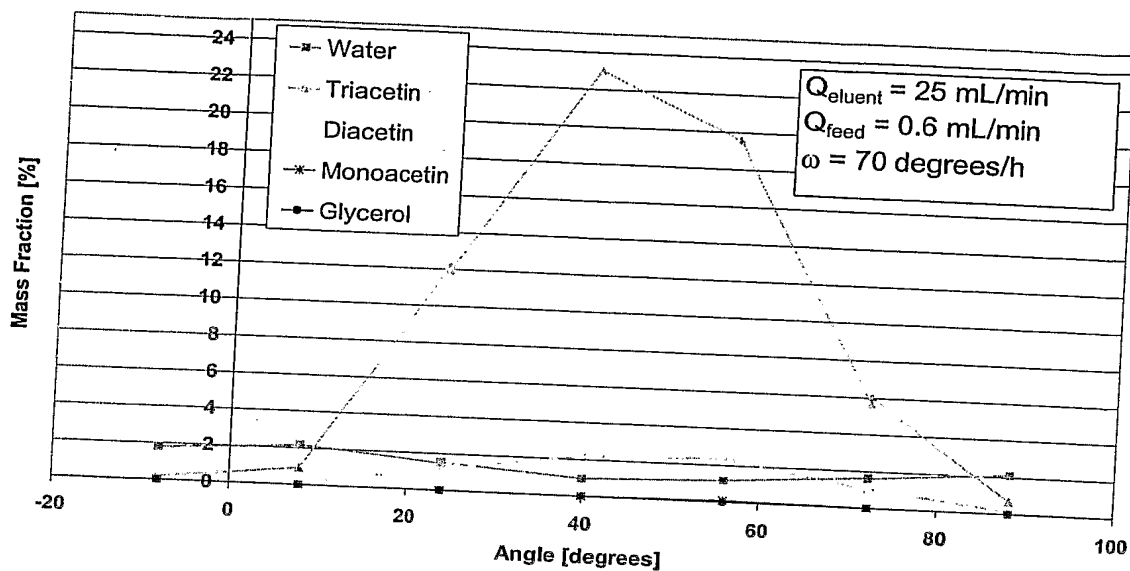
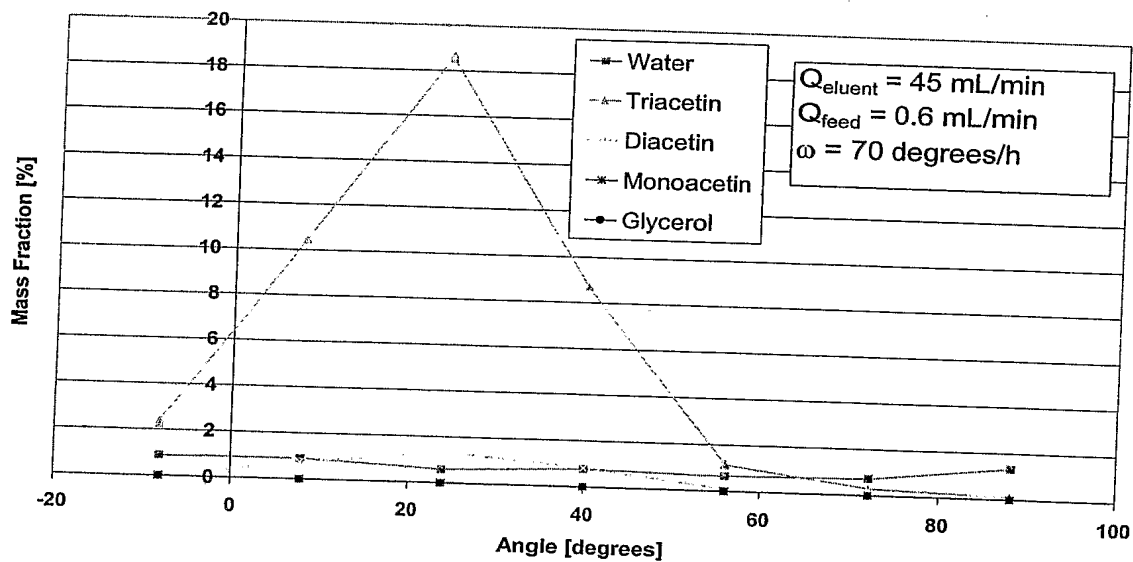


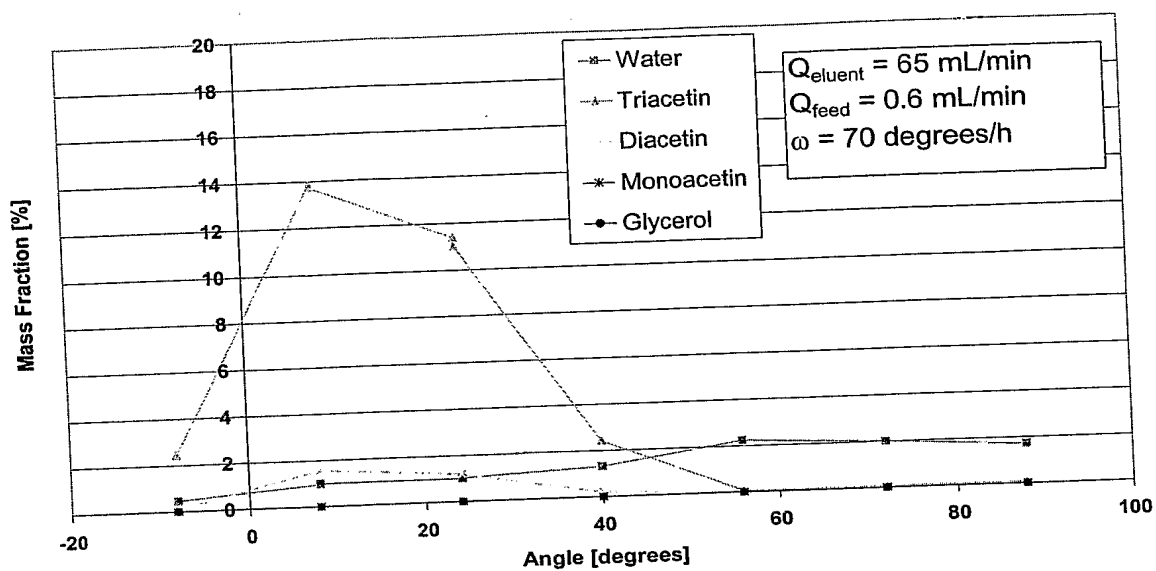
Fig. 1



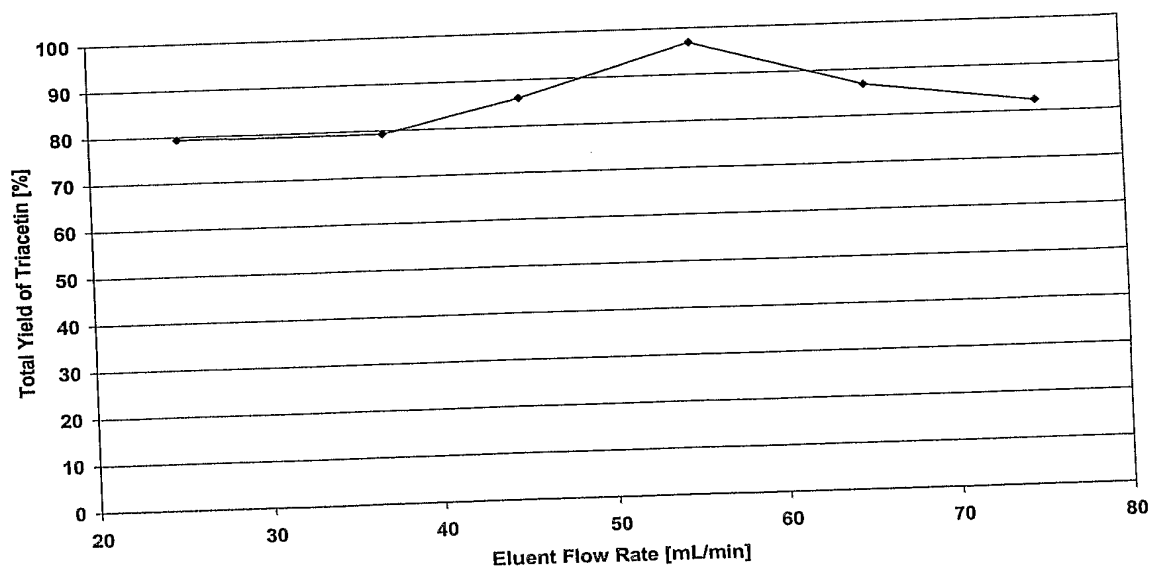
FIGUR 2.1



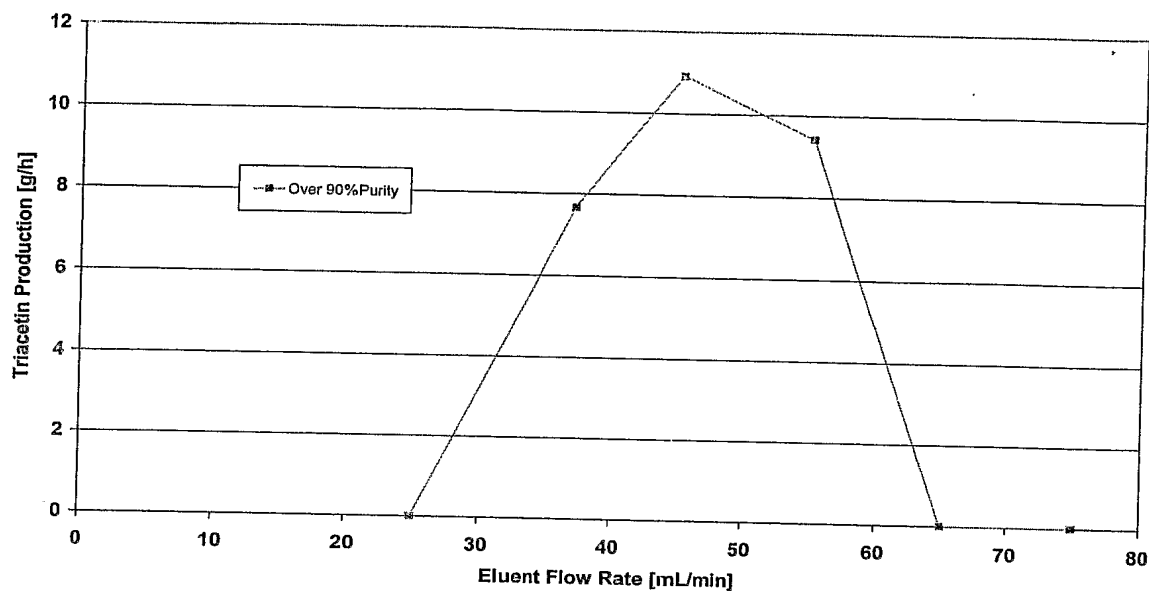
FIGUR 2.2



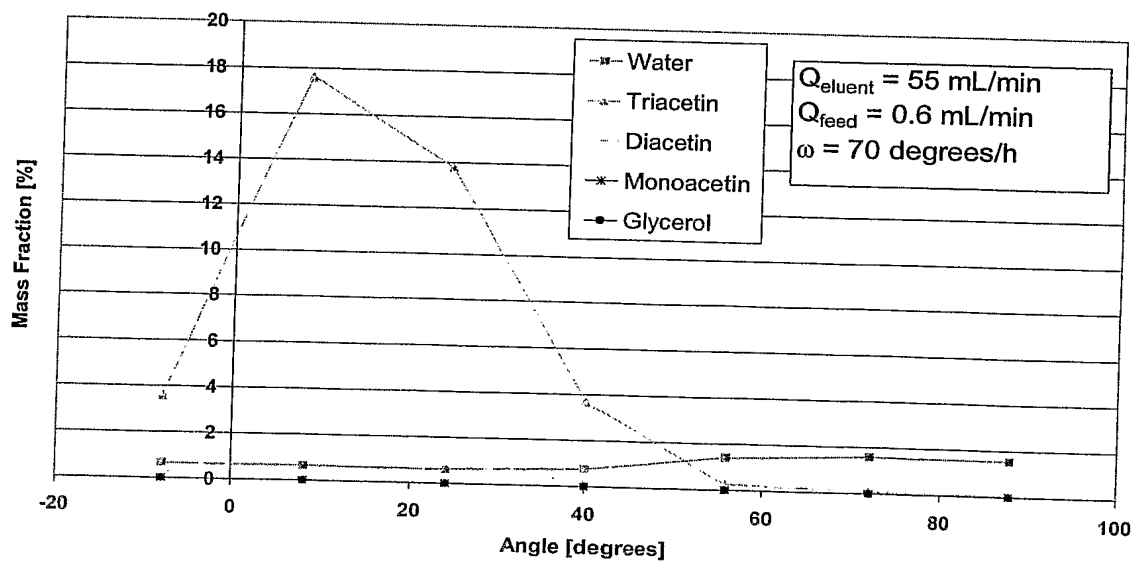
FIGUR 2.3



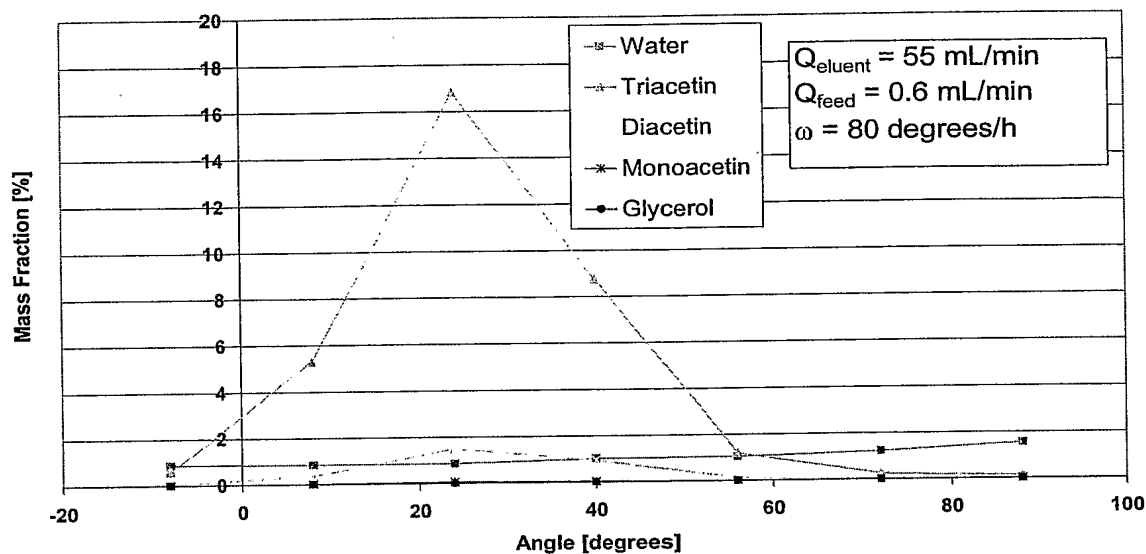
FIGUR 2.4



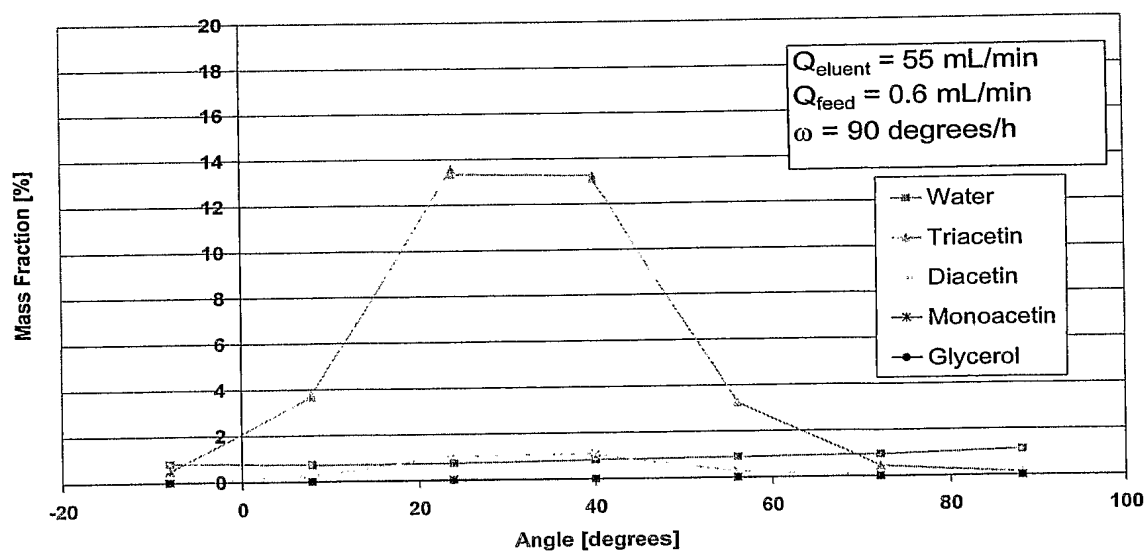
FIGUR 2.5



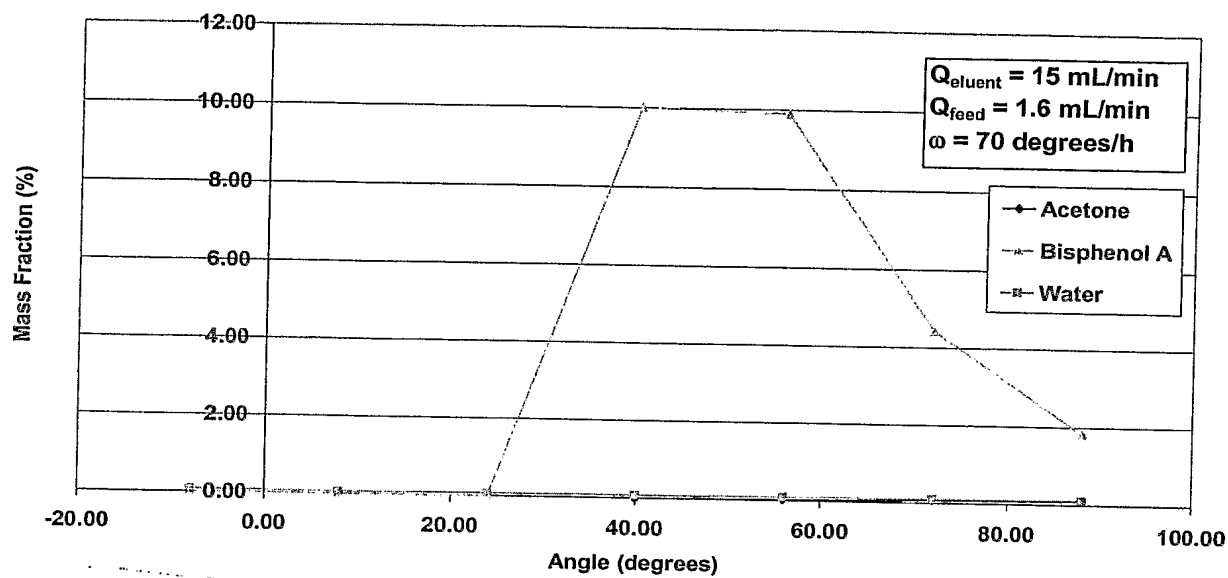
FIGUR 2.6



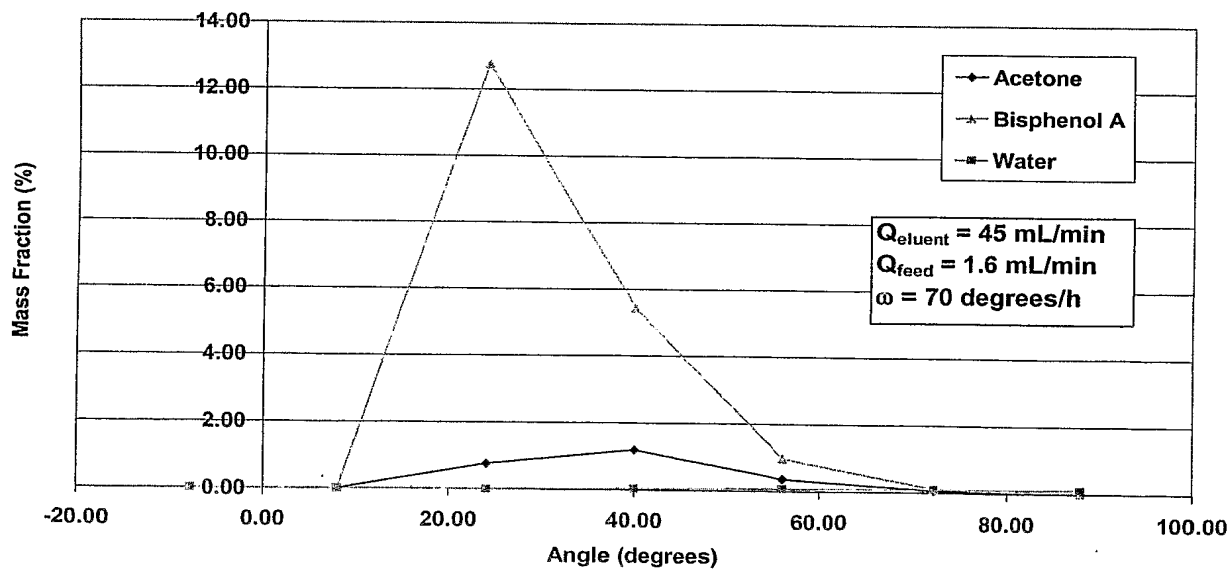
FIGUR 2.7



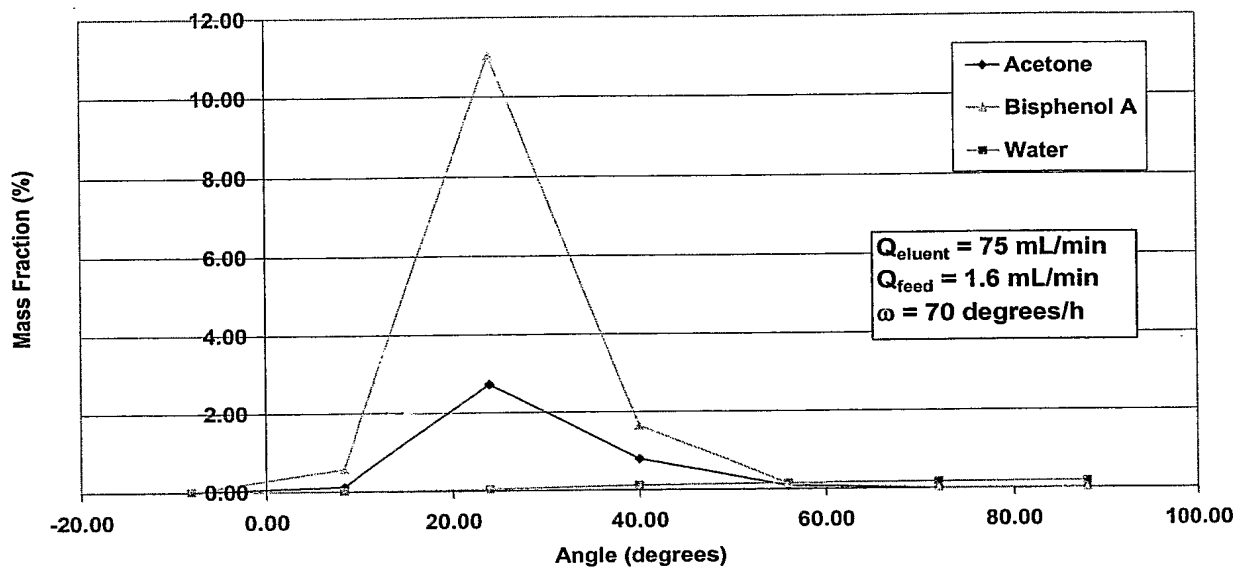
FIGUR 2.8



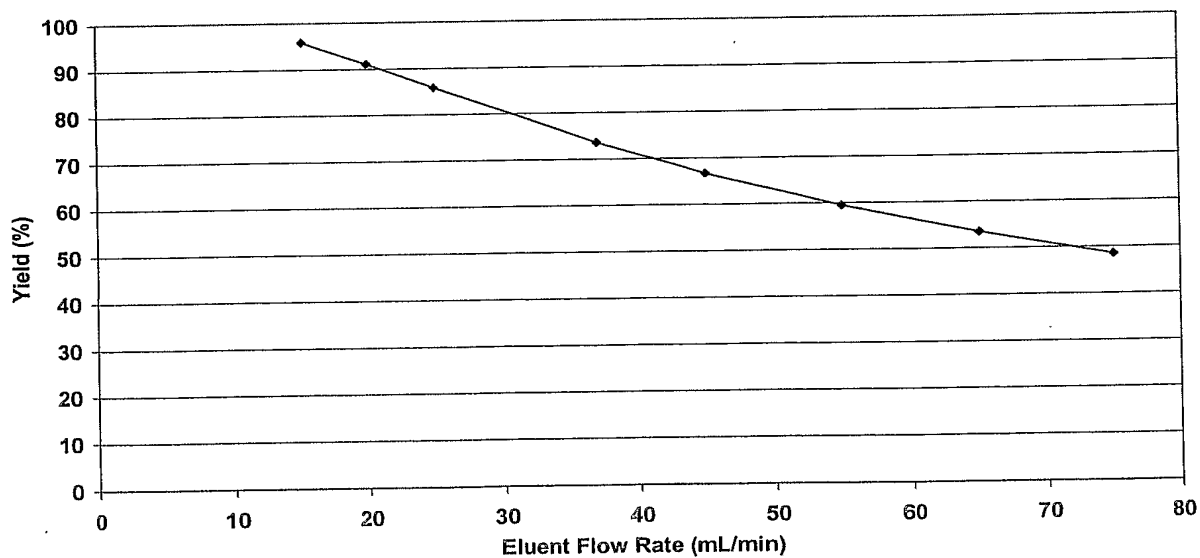
FIGUR 3.1



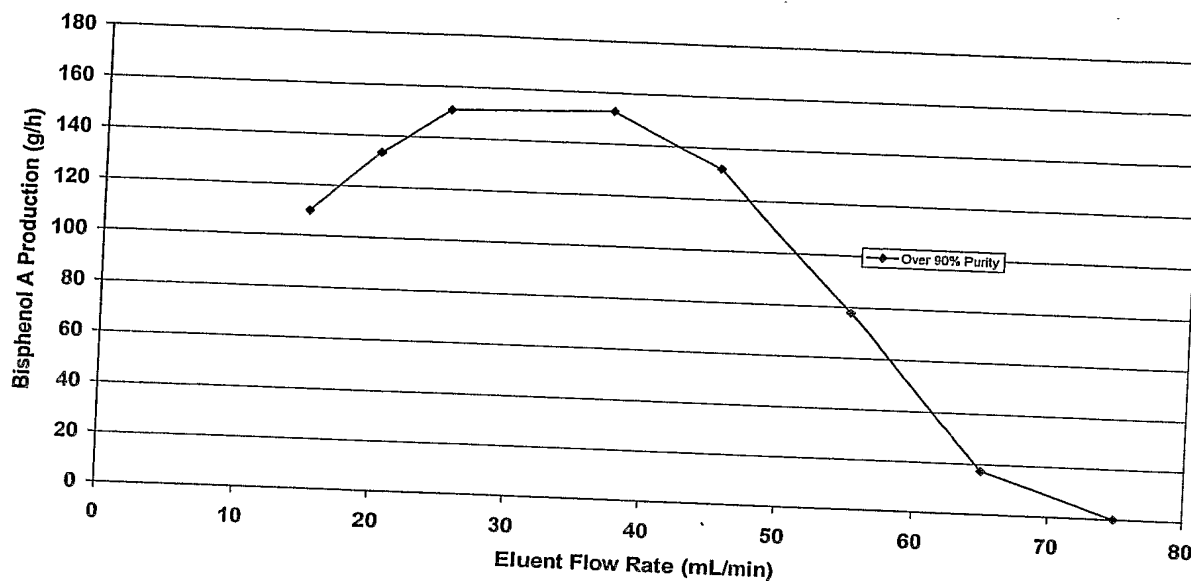
FIGUR 3.2



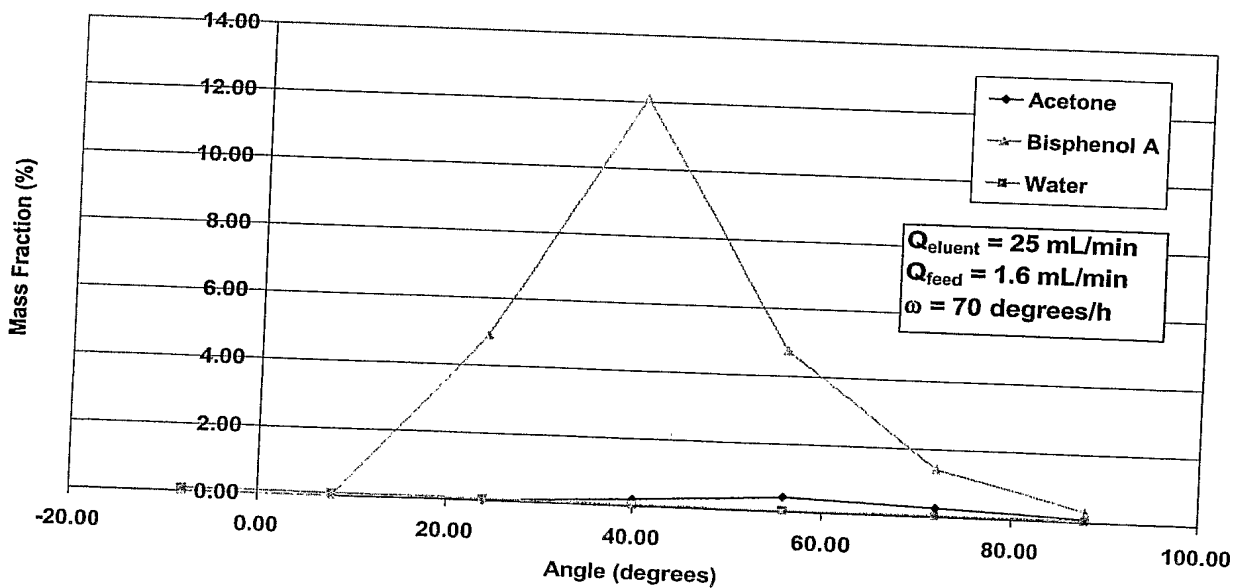
FIGUR 3.3



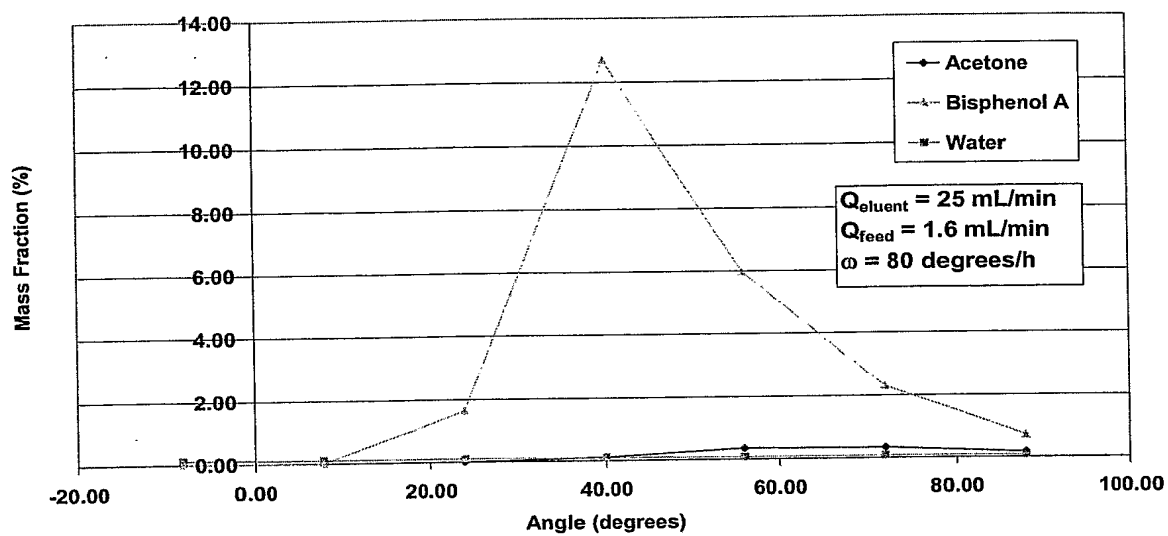
FIGUR 3.4



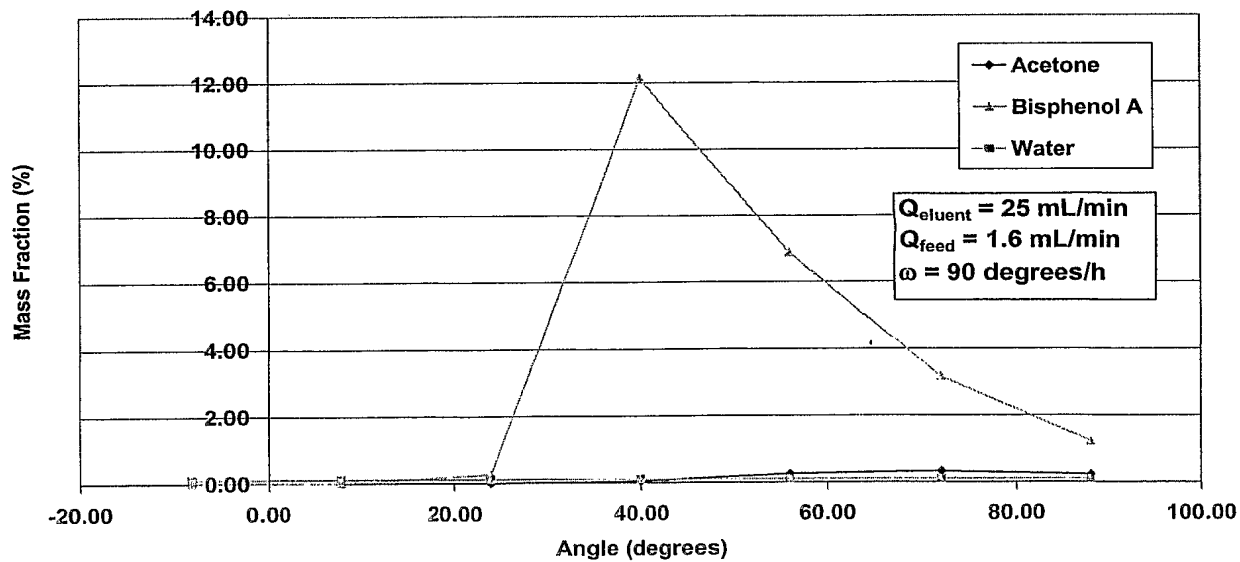
FIGUR 3.5



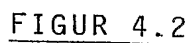
FIGUR 3.6

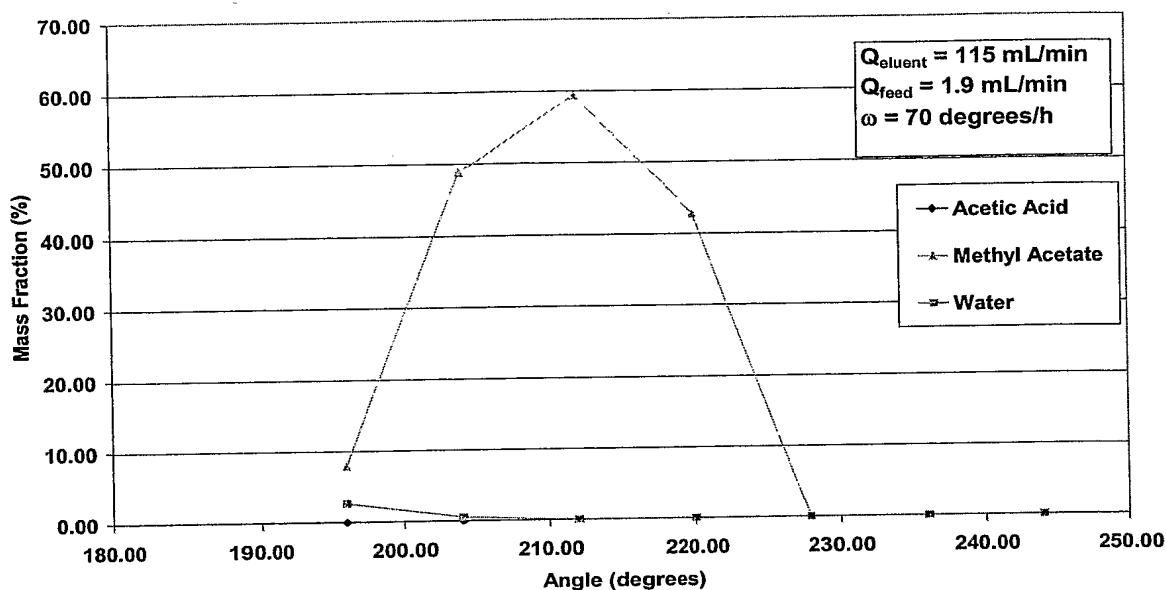


FIGUR 3.7

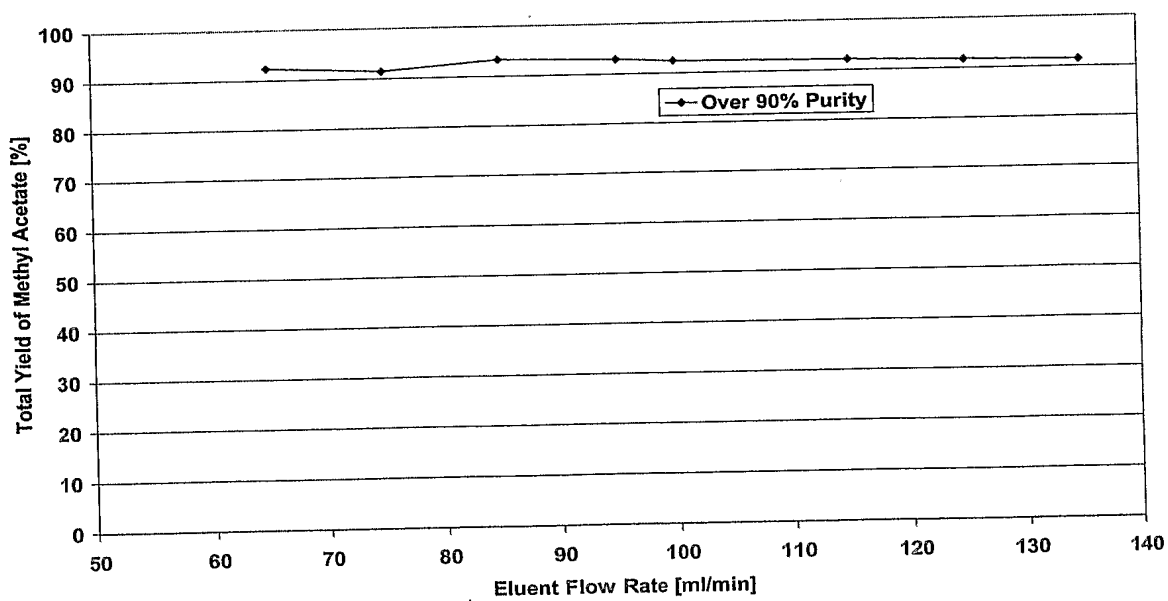


FIGUR 3.8

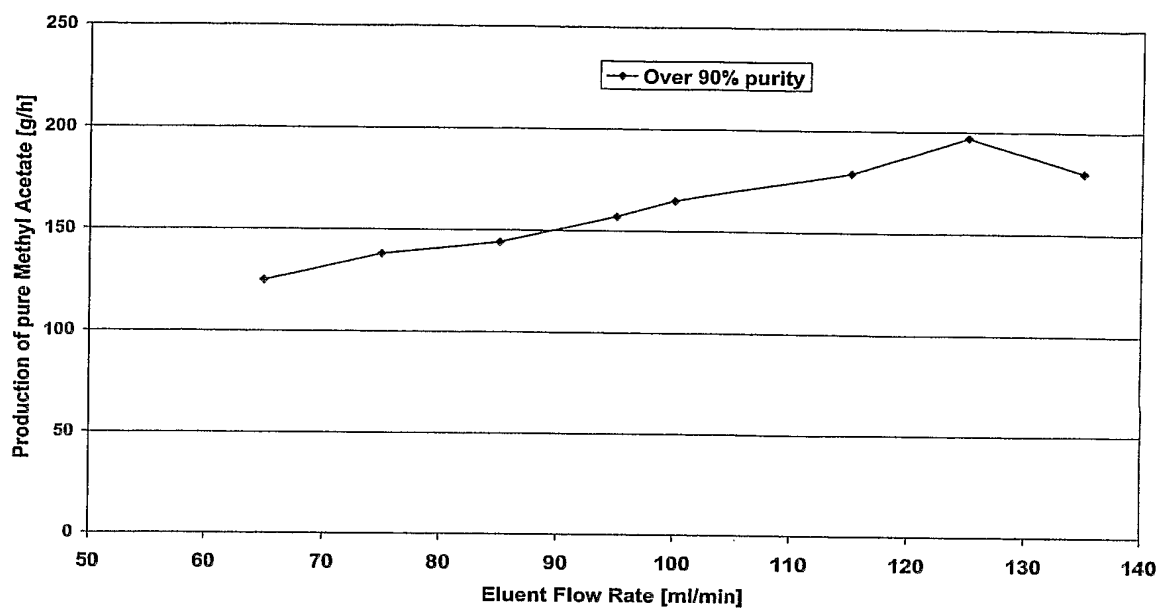




FIGUR 4.3



FIGUR 4.4



FIGUR 4.5

